

DERWENT-ACC-NO: 1984-110354

DERWENT-WEEK: 198418

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Improving adhesion between metal
coating film and substrate - with hot isostatic
pressing effect to fill cracks in substrate surface by
diffusion

PATENT-ASSIGNEE: KOBE STEEL LTD[KOBM]

PRIORITY-DATA: 1982JP-0161999 (September 16, 1982)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PAGES	PUB-DATE	
LANGUAGE		MAIN-IPC	
JP 59050177 A		March 23, 1984	N/A
004	N/A		

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
APPL-DATE		
JP 59050177A	N/A	
1982JP-0161999	September 16, 1982	

INT-CL (IPC): B23K020/00, C04B041/06 , C23C017/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 59050177A

BASIC-ABSTRACT:

Coating metal film is formed on the surface of a substrate by an ordinary finishing method, then the coated body is isolated from the atmos. The coated body is subjected to HIP (hot isostatic pressing) in high-pressure inert gas atmos. at a temp. sufficient to perform diffusion bonding of the coating film onto the substrate. The coating metal may be Cu, Ni, Cr, Zn, Sn, Pb, Pt, Al,

Sb, Cd, Co, Au, In and/or Ag. The substrate may be metals,
plastics, carbon,
ceramics and/or glass.

Cavities between the coating film and the substrate and
cracks in the substrate
are filled with the diffused coating metal. The treated
body has excellent
fatigue strength.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/3

TITLE-TERMS: IMPROVE ADHESIVE METAL COATING FILM SUBSTRATE
HOT ISOSTATIC PRESS
EFFECT FILL CRACK SUBSTRATE SURFACE DIFFUSION

DERWENT-CLASS: A35 M13 P55

CPI-CODES: A11-C04B; L01-G04; L02-J01A; M13-H;

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 1779S

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0229 2481 3241 2498 2625 3252

Multipunch Codes: 014 03- 466 471 54& 551 560 563 597 600
602

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1984-046761

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1984-081602

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—50177

⑪ Int. Cl.³
C 23 C 17/00
B 23 K 20/00
C 04 B 41/06

識別記号

庁内整理番号
7537—4K
6939—4E
8216—4G

⑬ 公開 昭和59年(1984)3月23日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ 密着性に優れた金属表面処理法

100—301号

⑮ 特 願 昭57—161999

⑯ 出 願 昭57(1982)9月16日

⑰ 発 明 者 守時正人
三木市緑が丘町東3—11—6

⑱ 発 明 者 藤川隆男
神戸市須磨区神の谷7丁目7番

⑲ 発 明 者 宮永順一

神戸市灘区上野通2丁目1—18

⑳ 出 願 人 株式会社神戸製鋼所
神戸市中央区脇浜町1丁目3番
18号

㉑ 代 理 人 弁理士 宮本泰一

明 細 書

1. 発明の名称 密着性に優れた金属表面処理法

2. 特許請求の範囲

1. 母材に通常の表面処理手段に従つて金属被膜を付着形成した後、該被膜付着部材を外気から遮断した状態におき、母材と表面金属被膜との拡散接合には好適であるが、両者が反応せず、かつ母材に好ましくない影響を生じさせない高温高压の不活性ガス雰囲気下で前記被膜付着部材に熱間静水圧プレス処理を施すことを特徴とする密着性に優れた金属表面処理法。

2. 通常の表面処理手段がメッキ処理である特許請求の範囲第1項記載の密着性に優れた金属表面処理法。

3. 母材に付着形成する金属被膜が Cu, Ni, Cr, Zn, Sn, Pb, Pt, Ag, Sb, Cd, Co, Au, In, Ag からなる金属群より選ばれた1種以上の金属又は合金である特許請求の範囲第1項又は第2項記載の密着性に優れた金属表面処理法。

4. 母材が金属、プラスチック、カーボン、セラ

ミック、ガラスからなる群より選ばれた材料である特許請求の範囲第1項、第2項又は第3項記載の密着性に優れた金属表面処理法。

5. ガス雰囲気圧力が50%以上、200℃以上である特許請求の範囲第1項記載の密着性に優れた金属表面処理法。

6. ガス雰囲気圧力が100%以上、300℃以上である特許請求の範囲第1項又は第5項記載の密着性に優れた金属表面処理法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は密着性、接合力に優れ、疲労強度を高める金属表面処理法に関するものである。

従来より母材表面の性質や寸法、外観を変え、変色や腐食への抵抗などを改善する目的でメッキ、CVD(化学蒸着)、PVD(物理蒸着)、真空蒸着、溶射など各種の表面処理が施されているが、これらは概して均一な薄膜は得られるとしても一般に母材と薄膜との結合力が非常に小さく、例えば絶えず、剥離などの問題を伴っていた。

これを、例えば、表面処理の代表的なものであ

るメッキによつて説明すると、メッキは主として金属表面の耐蝕、耐摩、光沢等を目的として行なわれているが、次のような欠点を有している。

- (1) 第1図に見られるようにメッキ層(2)と母材(1)との間に多くの間隙(3)が又、メッキ層(2)内に空孔(4)があり、通常、そこに水素が含まれていて強度を弱くする。
- (2) 例えば耐摩耗を目的とした場合、薄いメッキではメッキ層がすぐに摩滅し、時には剥がれて母材の露出が起る。
- (3) といつて、厚くメッキすると、第2図に図示するように歪が出て、例えば1回の熱サイクルで簡単に亀裂(5)を生じさせ、母材にもひびわれ(6)を伝播する。
- (4) 又、一度、メッキの表面に亀裂が生じると、耐摩材としての能力は無に等しいばかりか、メッキをしない場合より悪くなる。
- (5) 殊に、局部的にメッキが剥がれると、電解腐蝕を生じ、材料の組合せではメッキのない場合より極端に早く腐蝕が生じる。

的に被処理体を圧縮し、金属粉末、セラミックス粉末などから緻密な焼結体を製造したり、金属材料を接合する方法として熱間静水圧プレス法(以下、HIP法という)が開発され、注目を浴びて来た。特にHIP法による金属材料の拡散接合は、その条件(温度、圧力、時間)さえ、適当に選定すれば同種金属に限らず、異種金属の組合せも含めて可能であるところから今日の複合材料製造の見地から関心が持たれている。

しかしながら、このようなHIP法といえども粉末の成形や、焼結欠陥あるいは鍛造欠陥の除去又はカーボンの高密度化、合金疲労部品の再生処理など一般的な金属加工の分野に利用されることはあつても、未だ表面の薄膜を母材に対し強固に固定しようとする試みはなされていない。

本発明者らは、叙上のような現状に鑑み、金属表面処理にHIP法の適用を図ることを課題として取組み、これによつて従来、難点とされていた金属表面被膜の接合強度を高めることを企図し、その実験を試みるに至つた。

(6) 光沢を必要とする装飾部品では一度、メッキを落すと、表面が欠落して全体の価値が低下する。などである。

ところで、近年、前記メッキを始め、CVD、PVDの技術や、真空蒸着、溶射など表面処理の技術が広く先端産業に利用され、夫々重要な役割を果たしている。なかでも、例えば現在、広く各方面で利用されているICの薄膜と基材との良好な接合は電気的特性、熱的特性に重要な役割を果たすものであるし、工具の薄膜、一般に Si_3N_4 、 TiN などセラミックス薄膜が付けられることも多いが、その薄膜と母材との接合強度は工具の寿命を左右する。しかも最近では、更にアモルファス薄膜も電子工業に活用され、その役割が期待されている。

このように表面処理被膜は、往年のメッキより米米を与える有力な材料となつており、その重要性が益々、高まつて来ているにかかわらず、その接合強度は、前述した如く相変わらず、弱く、これを高める汎用技術は未だ殆ど実用化されていない。

ところが、近時、高温高圧ガス雰囲気下で等方

即ち、本発明は、通気孔を有しない薄膜表面処理をした部材にHIP法を適用して密着性、接合力を高めると共に、処理部材の疲労強度を向上させることを目的とするものであり、母材に通常の表面処理手段に従つて、金属被膜を付着形成した後、該被膜付着部材を外気から遮断した状態におき、母材と表面金属被膜との拡散接合には好適であるが、両者は反応せず、かつ母材に好ましくない影響を生じさせない高温、高圧ガス雰囲気下で前記被膜付着部材に熱間静水圧プレス処理(HIP処理)を施すことを特徴とするものである。

ここで、前記通常の表面処理手段としてはメッキ法、CVD法、PVD法、真空蒸着法、溶射法など公知のすべての金属表面処理手段が含まれるが、本発明においてHIP処理に付される金属被膜としては、通気孔を有しない被膜が有効であるところから溶射法は余り適切とは云えず、最も代表的な手段としては電気メッキ法による処理が挙げられる。

この場合、母材としては、殆どすべての金属、

炭化物等、電導性のあるものが使用可能であり、更に真空蒸着の場合にはプラスチック、カーボン、セラミック、ガラスなども使用可能である。更に気相メッキではこれに適した種々の金属が使用される。

一方、表面処理材料としてはメッキ、真空蒸着などでは殆どすべての金属が使用可能であるが、代表的なものとしてはCu, Ni, Cr, Zn, Sn, Pb, Pt, Ag, Sb, Cd, Co, Au, In, Ag, など、又、気相メッキの場合には、Zr, Ti, W, Nb, Taも充分使用することができる。

そして上記の如き各母材、表面処理材によつて金属表面処理が行なわれ、母材表面に金属被膜が付着形成されるが、この金属被膜を付着せしめた部材では前述の如くその接合力に欠如するところから次に該部材に本発明の重要な工程とするHIP処理を施す。

HIP処理は通常、カプセルと称する軟鋼あるいはガラス製の容器を用い、前記金属被膜付着部材を該カプセル内に装入し、蓋を溶接等により取

温度でなければならない。しかし、母材と金属被膜が反応したり、母材に好ましくない変態など、影響を及ぼさない温度以下であることが肝要である。具体的にはSn, Znなどをメッキ材として鋼に表面処理してある場合には圧力、温度ともに低く、圧力50MPa、200℃以上でも充分可能であるがその他の金属表面処理の場合には殆ど100MPa、300℃以上が好適である。

勿論、HIP処理の態様として金属表面処理を施した部材によつては必ずしもカプセル等の容器を使用することは必要でなく、又、ガスもArガスに限らず、N₂ガスなど他の不活性ガスを使用することも充分、可能である。

なお、母材の表面は平滑でなく、通常、凹凸を有していることが多いが、このような凹凸面は表面の金属被膜をその凹部に侵入させ、より強固な接合を得ることができるので、表面処理に先立ち、母材面に粗面加工を施しておくことも有効である。

更に本発明方法が適用される表面処理された金属被膜付着部材の金属被膜厚は、通常の表面処理

り付け、内部の空気を真空吸引脱気し、しかる後、脱気管を閉塞して密封し、高温高压炉内に収納して所要の高温高压下に保持したArガス等不活性ガス雰囲気下で静水圧プレス処理を行なうことによつてなされるが、この処理によつて金属被膜空孔内に含まれている例えば水素ガスは追い出され、金属被膜と母材はその接合面で拡散接合し金属被膜、例えばメッキが母材の凹凸中にも深く侵入し強固な接合力を得る。

第3図は、第1図、第2図に対比しメッキにより母材に表面処理した後、HIP処理を行つた場合を示し、第1図、第2図においてメッキ層(2)に見られた空孔(4)やメッキ層(2)と母材(1)との間に存在した間隙(3)が消失し、しかもメッキ層が母材(1)内へ侵入(7)して両者が良好な接合状態を有していることを明らかにしている。

なお、上記HIP処理における処理条件は母材ならびに金属被膜の種類あるいは膜厚により、又表面処理の目的によつて適切な条件が選ばれるが、一般的に母材と金属被膜が拡散接合に必要な

によつて得られる0.05μ～50μあるいは、それ以上という広範囲にわたっており、それらに対して実質的に殆ど適用することができる。

かくして、以上のようにして得られたメッキ等、金属表面処理による金属被膜は母材と強固に結合し、同時に金属被膜内の空孔あるいは母材と該被膜との間の間隙は圧潰消失し、同部分に含まれていた水素ガスは逃散して密着性、接合力を高め、かつ水素ガスを放出して処理部材の疲労強度を向上させ、更に母材の露出、ひび割れ等を十分に阻止する。

以下、更に本発明の具体的な実施例を掲げる。

実施例

下記表に示す母材に対し電解メッキ法を利用して夫々下記材質のメッキ層を形成し、以下の処理条件に従つてHIP処理を行なつた。

以下余白

	母 材	メッキ層材質	H I P処理		
			温度	圧力	時間
1	WC	Au	700℃	1000 ^{atm}	1 hr
2	S450	Cr	1100℃	1000 ^{atm}	1 hr
3	"	"	800℃	1000 ^{atm}	1 hr
4	"	Ni	1100℃	1000 ^{atm}	1 hr
5	"	Ni	900℃	1000 ^{atm}	1 hr

次いで上記得られた処理部材について夫々、その接合状況を観察したところ、試料4の状況を示す参考顕微鏡写真（参考写真(1)(2)はH I P処理前、(3)(4)はH I P処理後）に見られる如く何れもメッキ層における空孔は消失し、しかもメッキ層が母材内へ侵入し一層強固な接合を果していることが看取された。

しかも上記処理部材は、その後において試料2に若干の難は見られたが、総じてメッキ層に亀裂を起すこともなく、又、腐蝕を生じることも認められなかった。

以上の如く、本発明方法は従来のメッキなど金属表面処理においては得られなかった接合力、密

着性を発揮し、その改善をもたらすと共に処理部材の疲労強度の向上を果し、今後、益々、その利用が重要視される切削工具、電子部品を始め、ロールあるいは軸、軸受等の摺動部材、装飾部品に対する金属表面処理法としてその効果は大いに期待される。

図面の簡単な説明

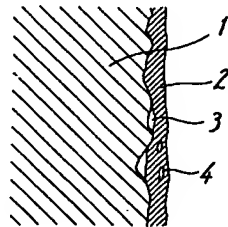
第1図は従来におけるメッキ層と母材との接合部分の状態を示す部分断面説明図、第2図は同じく従来の厚肉メッキにおけるメッキ層の亀裂状態を示す部分断面説明図、第3図は本発明方法により処理したメッキ層と母材との接合状態を示す部分断面説明図である。

特許出願人 株式会社 神戸製鋼所

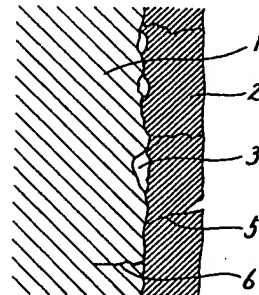
代理人 弁理士 宮 本 泰



第1図



第2図



第3図

